

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-282317

(43)Date of publication of application : 03.10.2003

(51)Int.Cl.

H01F 1/24

B22F 1/02

H01F 3/08

H01F 41/02

(21)Application number : 2002-082680

(71)Applicant : NEC TOKIN CORP

(22)Date of filing : 25.03.2002

(72)Inventor : ISOTANI KEITA  
FUJIWARA TERUHIKO  
ISHII MASAYOSHI  
HOSHI HARUKI

(54) ALLOY POWDER SURFACE TREATMENT METHOD AND DUST CORE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To reduce the core loss of a dust core obtained by compression-molding soft magnetic alloy powder, and to improve its frequency characteristics.

SOLUTION: A silica film or silica fine particles are attached on the surface of the soft magnetic alloy powder, by the use of alkyl silicate so as to form an insulating layer. By this setup, the resistivity of the dust core is increased, and its eddy current loss is reduced, so that the core loss is decreased and the frequency characteristics are improved. The insulating layer is formed through such a simple method wherein a solution comprising water or an organic solvent and alkyl silicate dissolved into it is added to the soft magnetic alloy powder and uniformly mixed into a mixture, and the mixture is treated thermally.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-282317

(P2003-282317A)

(43) 公開日 平成15年10月3日 (2003.10.3)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード(参考)
H 0 1 F 1/24		H 0 1 F 1/24	4 K 0 1 8
B 2 2 F 1/02		B 2 2 F 1/02	E 5 E 0 4 1
			F
H 0 1 F 3/08		H 0 1 F 3/08	
41/02		41/02	D
		審査請求 未請求 請求項の数 5	O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2002-82680(P2002-82680)

(22) 出願日 平成14年3月25日 (2002.3.25)

(71) 出願人 000134257

NECトーキン株式会社

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

(72) 発明者 磯谷 桂太

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

株式会社トーキン内

(72) 発明者 藤原 照彦

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

株式会社トーキン内

(72) 発明者 石井 政義

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

株式会社トーキン内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 合金粉末表面処理方法と圧粉磁芯

(57) 【要約】

【課題】 軟磁性合金粉末を圧縮成形して得られる圧粉磁芯のコアロスを低減し、周波数特性を改善すること。

【解決手段】 軟磁性合金粉末の表面に、アルキルシリケートを用いて、シリカの膜、もしくはシリカの微粒子を付着させ、絶縁層を形成する。これによって、圧粉磁芯の比抵抗が増加し、渦電流損失が減少することで、コアロスを低減するとともに、周波数特性も向上する。絶縁層の形成は、軟磁性合金粉末に、アルキルシリケートを水もしくは有機溶媒に溶解した溶液を加えて、均一の混合し、その後、熱処理を施すという簡便な方法で行える。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 表面に、アルキルシリケートの加水分解によって得られるシリカ膜またはシリカの微粒子が付着してなることを特徴とする軟磁性合金粉末。

【請求項 2】 請求項 1 に記載の軟磁性粉末において、前記アルキルシリケートは、 $\text{Si}_n\text{O}_{n-1}(\text{OC}_2\text{H}_5)_{2n+2}$  なる組成式で示されるエチルシリケートであることを特徴とする軟磁性合金粉末。

【請求項 3】 軟磁性合金粉末に、有機溶媒及び水の少なくともいずれかと、アルキルシリケートを含む液を混合した後、不活性雰囲気中の加熱を行うことを特徴とする請求項 1 もしくは請求項 2 のいずれかに記載の軟磁性合金粉末の表面処理方法。

【請求項 4】 請求項 1 もしくは請求項 2 のいずれかに記載の軟磁性合金粉末を成形してなることを特徴とする圧粉磁芯。

【請求項 5】 比抵抗が  $5\ \Omega \cdot \text{cm}$  以上であることを特徴とする請求項 4 に記載の圧粉磁芯。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、たとえばスイッチング電源に好適な、圧粉磁芯とそれに用いる軟磁性合金粉末に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、省エネルギー、 $\text{CO}_2$ 問題の高まりから、一般家電及び産業用機器において省エネルギー対策が急速に進んでいる。一般的に、消費電力が大きく省エネルギー効果が高いものとして、エアコン、冷蔵庫等のモーターを使用しているもの、及び照明器具などが挙げられる。

【0003】 これら製品の省エネルギー化を進めるために、高効率モーターの採用、電気回路の高効率化等が進められている。電気回路で効率が大きく問題となるのは、 $50/60\ \text{Hz}$  の交流入力直流化する電源部であり、その効率改善のため、スイッチング電源の普及が近年、急速に進んでいる。

【0004】 しかしながら、スイッチング電源を採用すると、電流波形の歪により高調波電流の発生が問題となってくる。この対策として、様々な回路方式が提案されており、例えばチョークインプット方式、一石コンバーター方式、アクティブフィルタ方式などが挙げられるが、いずれの方式においても電流の導通角を広げるためにリアクトルが使用される。

【0005】 このリアクトルに求められる特性は、インダクタンス値の他に、高変換効率、可聴域の唸りが無い、温度上昇が小さい、小型軽量、及び低コストなど多岐にわたっている。これら特性を達成する方法は、個別には種々あるが、同時に解決できる最も有効な手段としてスイッチング周波数を上げることが考えられる。

【0006】 その場合、使用されるリアクトル材が重要

であり、高周波まで低損失、しかも定格電流で高透磁率の材質が必要とされる。実際、小容量の電源では、高周波用フェライト材の商品化が高周波電源の設計に大きく貢献していることは周知の事実である。一方、大容量の電源では、上記特性に加え直流重畳特性が重要であり、飽和磁化の低いフェライト材は使用できない。

【0007】 従って、他のリアクトル材を使用しなければならないが、一般的な珪素鋼鉄は高周波でのコアロスが大きいため使用できず、また高珪素鋼鉄でも、周波数が  $20\ \text{kHz}$  を超えると、急激にコアロスの増大と透磁率の著しい劣化が発生するため、使用周波数が  $20\ \text{kHz}$  以下に限定される。

【0008】 また、アモルファス合金は、高価なボロンを使用すること、及び特殊な製造装置が必要なことから、どうしても高コストになること、さらに磁歪が大きいため可聴域の唸りの発生が避けられず、とても最適な材料とは言えない。これに対して、圧粉磁芯は、初透磁率が低いという欠点があるが、周波数特性は良好であり、一方で初透磁率を下げることにより直流重畳特性が向上できること、コアロスも比較的低いことが知られている。

【0009】 一般的に直流重畳特性を改善する方法として、磁芯の飽和磁化を高くすること、磁路の一部に空隙を設けることなどが考えられる。また、コアロス特性や周波数特性を改善する方法としては、渦電流半径を小さくすること、比抵抗を上昇させることなどが考えられる。そして、今後、省エネルギー、 $\text{CO}_2$ 抑制は、必須の課題であり、大容量スイッチング電源において、さらに高周波数化、低ロス化は不可避と考えられ、それに適合可能なリアクトルが強く求められている。

## 【0010】

【発明が解決しようとする課題】 従って、本発明の技術的な課題は、電源回路の効率を向上させるために、ロス特性、周波数特性に優れ、しかも定格電流における透磁率が高い圧粉磁芯用合金粉末、及びこの合金粉末からなる圧粉磁芯、さらにはこの圧粉磁芯を使用したリアクトルを提供することにある。

## 【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明は、前記課題を達成すべく、圧粉磁芯の特性向上について検討を重ねた結果、 $\text{Si}-\text{Fe}$  系合金、またはパーマロイ系合金などからなり、かつ粒径が実質的に  $150\ \mu\text{m}$  以下である軟磁性合金粉末の表面に、アルキルシリケートを加水分解して得られるシリカ膜または、シリカの微粒子を付着させることで、圧粉磁芯の特性が改善されることが見出された結果なされたものである。

【0012】 即ち、本発明は、表面に、アルキルシリケートの加水分解によって得られるシリカ膜またはシリカの微粒子が付着してなることを特徴とする軟磁性合金粉末である。

【0013】また、本発明は、前記の軟磁性合金粉末において、前記アルキルシリケートは、 $\text{Si}_n\text{O}_{n-1}(\text{OC}_2\text{H}_5)_{2n-2}$ なる組成式で示されるエチルシリケートであることを特徴とする軟磁性合金粉末である。

【0014】また、本発明は、軟磁性合金粉末に、有機溶媒及び水の少なくともいずれかと、アルキルシリケートを含む液を混合した後、不活性雰囲気中の加熱を行うことを特徴とする請求項1もしくは請求項2のいずれかに記載の軟磁性合金粉末の表面処理方法である。

【0015】また、本発明は、前記の軟磁性合金粉末を成形してなることを特徴とする圧粉磁芯である。

【0016】また、本発明は、比抵抗が $5\Omega\cdot\text{cm}$ 以上であることを特徴とする前記の圧粉磁芯である。

【0017】

【作用】本発明による軟磁性合金粉末では、表面にシリカ膜、あるいはシリカの微粒子を付着させることで、絶縁層が形成され、この軟磁性合金粉末とバインダーと混合し、適当な金型で圧縮成形、熱処理することにより、比抵抗が $5\Omega\cdot\text{cm}$ 以上の圧粉磁芯が得られ、これに巻線を施すことにより、回路効率に優れた圧粉磁芯を提供することが可能となる。

【0018】本発明に用いられる軟磁性合金粉末としては、鑄造法によって作製したインゴットを機械的に粉砕したもの、アトマイズ法によって作製したもの、どちらも使用可能である。組成についても、あらゆる軟磁性合金粉末に応用が可能で、 $\text{Si}-\text{Fe}$ 系合金、センダスト系合金、パーマロイ系合金、アモルファス合金等の軟磁性合金粉末に応用が可能である。

【0019】

【発明の実施の形態】本発明の軟磁性合金粉末、及び圧粉磁芯を得るには、まず、前記合金粉末にアルキルシリケート、エタノール、水、酢酸や塩酸などを加え、攪拌を行う。これによって、アルキルシリケートが加水分解反応を起こす。一定時間攪拌を行ったところで、軟磁性合金粉末を取り出し、乾燥させると粉末表面にシリカ膜または、微粒子シリカが被覆される。なお、酢酸や塩酸はアルキルシリケートの加水分解反応の触媒であり、加えなくともよい。

【0020】次に、この絶縁層を形成した軟磁性合金粉末に、バインダーとして樹脂を混合した後、たとえばトロイダル形状の金型を使用して圧縮成形する。次に、その成形体に対し、適当な温度で歪とり熱処理を行う。次に、定格電流に応じた線径の銅線を使用し、所望のイン

ダクタンス値が得られるターン数の巻線を施す。

【0021】前記の工程によって作製されたリアクトル用の圧粉磁芯は、比抵抗が $5\Omega\cdot\text{cm}$ 以上となり、その結果、周波数特性、コアロス特性が向上し好適な特性が得られる。

【0022】

【実施例】次に、本発明の実施例を、具体的な例を挙げ説明する。

【0023】（実施例1） $\text{Si}$ が4.0重量%、 $\text{O}$ が0.5重量%、残部が $\text{Fe}$ なる組成の軟磁性合金粉末、 $\text{Si}$ が5.0重量%、 $\text{O}$ が0.5重量%、残部が $\text{Fe}$ なる組成の軟磁性合金粉末、 $\text{Si}$ が6.5重量%、 $\text{O}$ が0.5重量%、残部が $\text{Fe}$ なる組成の軟磁性合金粉末を、それぞれ水アトマイズ法で作製した。

【0024】次に、前記軟磁性合金粉末を、それぞれ粒径 $150\mu\text{m}$ 以下に分級し、これらを200g秤量し、エチルシリケート $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4]$ を50g、エタノールを50g混合した溶液の中に投入し、1分間攪拌した。次に、純水を10g混合した後、密閉容器中で5分間攪拌した。その後、軟磁性合金粉末を取り出し、 $\text{N}_2$ 雰囲気下で $300^\circ\text{C}$ 、60分間熱処理を行って表面処理を施した。

【0025】次に、バインダーとしてシリコーン樹脂を重量比で0.6%混合し、成形金型を用い、外径が27mm、内径が14mm、高さが18mmのトロイダル形状に成形した。次に、この成形体を不活性雰囲気中で $700^\circ\text{C}\times 1$ 時間保持後、室温まで徐冷した。また、比較のため、表面処理を施さない他は、前記と同様にして、3種類の軟磁性合金粉末を用いた圧粉磁芯を作製した。これら圧粉磁芯の比抵抗を2端子法で測定した。表1は、これらの比抵抗の測定結果を示したものである。

【0026】次に、それぞれの磁芯に対して巻線を施し、インピーダンスアナライザー（ヒューレッド・パッカー社製：4194A）を用いて、 $\mu$ の周波数特性を測定した。図1は、組成の異なる合金粉末を用いた圧粉磁芯の、 $\mu$ の周波数特性の測定結果を示したものである。また、交流BHトレーサー（岩崎通信機製：SY-8232）を用いて、50kHz、0.1Tにおけるコアロス特性を測定した。これらの結果についても、表1にまとめて示した。

【0027】

【表1】

合金組成 (重量%)	表面処理	比抵抗 ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )	コアロス ( $\text{W}/\text{m}^3$ )
4.0Si-0.50-残部Fe	有	15.5	6200
	無	0.7	7500
5.0Si-0.50-残部Fe	有	20.3	5600
	無	1.2	7800
6.5Si-0.50-残部Fe	有	25.0	6200
	無	1.5	7400

【0028】表1及び図1に示した結果から、表面処理を施した軟磁性合金粉末を用いた試料では、すべての組成において比抵抗が大きく上昇し、そのため周波数特性が向上し、渦電流損失が抑えられ、コアロス特性が約20～30%程度低くなっていることが確認できる。つまり、本発明のようなシリカ被膜の形成法、即ち、ゾルゲル法を用いて表面に絶縁層を形成した試料では、比抵抗が上昇し、その結果、周波数特性、コアロス特性が向上し、好適な特性を発現することが分かった。

【0029】なお、ここでは、有機溶媒として、エタノールを用いたが、アルキルシリケートを溶解し、揮発するものであれば、他の溶媒でも使用可能である。また、加水分解のために水を添加したが、場合によっては空気中の水や、有機溶媒に含まれる水酸基も同様の機能を発現するので、水の添加は不要となる。

【0030】（実施例2）次に、圧縮成形の際に混合するシリコン系樹脂の混合量と特性の関係について、確認するために、Niが50重量%、Oが0.5重量%、残部がFeなる組成の軟磁性合金粉末を、水アトマイズ法で作製し、粒径150 $\mu\text{m}$ 以下に分級後、エチルシリケートを用いて、実施例1と同様に表面処理を施した。次にバインダーとしてシリコン系樹脂を重量比で0.3, 0.5, 1.0, 1.5%混合し、実施例1と同様に、成形、熱処理を行い、圧粉磁芯を得た。

【0031】また、比較のため、表面処理を施していない軟磁性合金粉末についても、同様にシリコン系樹脂を重量比で0.3, 0.5, 1.0, 1.5%混合し、成形、熱処理を行い、圧粉磁芯を作製した。そして、これら8種類の圧粉磁芯について、実施例1と同様に評価した。

【0032】図2は、シリコン樹脂混合量の異なる圧粉磁芯の、 $\mu$ の周波数特性の測定結果を示したものである。また、表2は、それらの比抵抗とコアロスの測定結果を、まとめて示したものである。

【0033】

【表2】

20

樹脂混合量 (重量%)	表面処理	比抵抗 ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )	コアロス ( $\text{W}/\text{m}^3$ )
0.3	有	5.2	4850
	無	0.085	12600
0.5	有	10.5	4800
	無	0.25	8800
1.0	有	25.8	4800
	無	0.98	6500
1.5	有	140.5	4750
	無	3.2	5000

【0034】これらの結果によると、シリカによる表面処理を施した軟磁性合金粉末を用いた圧粉磁芯では、いずれの樹脂量においても、比抵抗が5 $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上増加し、渦電流損失低減により、約10%のコアロスの減少が認められる。また、図2から、シリカによる表面処理が $\mu$ の周波数特性向上にも、一定の効果を発現していることが分かる。

【0035】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明によれば、アルキルシリケートを用いた軟磁性合金粉末の表面処理により、圧粉磁芯の比抵抗が増加し、コアロスの低減が可能となり、周波数特性も改善できる。また、実施例では、Fe-Si系、Fe-Ni系の軟磁性合金粉末を用いた例を示したが、センダスト系、Fe系などの軟磁性合金粉末を用いた場合においても、同様の効果を発現し得る。

【0036】そして、本発明による圧粉磁芯は、たとえば産業機器及び一般家庭用電気製品に搭載されるスイッチング電源、殊に、スイッチング周波数が10kHz以上の電源に搭載される圧粉磁芯に好適であり、回路効率向上による省エネルギーに寄与できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】組成の異なる合金粉末を用いた圧粉磁芯の、 $\mu$ の周波数特性の測定結果を示す図。

【図2】シリコン樹脂混合量の異なる圧粉磁芯の、 $\mu$ の周波数特性の測定結果を示す図。

【符号の説明】

11 4.0重量%Si-0.5重量%O-残部Fe、

表面処理有

1 2 5.0重量%Si-0.5重量%O-残部Fe、

表面処理有

1 3 6.0重量%Si-0.5重量%O-残部Fe、

表面処理有

1 4 4.0重量%Si-0.5重量%O-残部Fe、

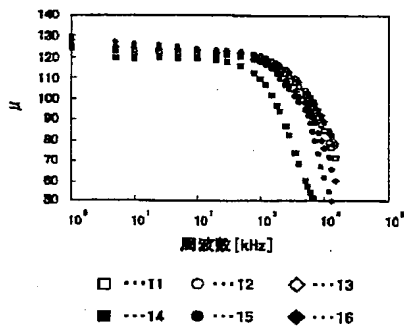
表面処理無

1 5 5.0重量%Si-0.5重量%O-残部Fe、

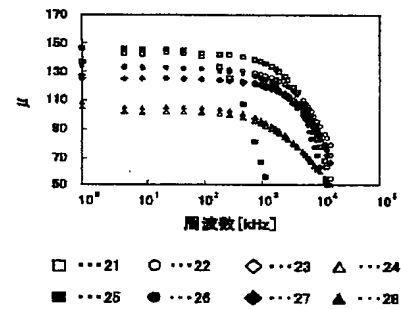
表面処理無

1 6 6.0重量%Si-0.5重量%O-残部Fe、 10

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 保志 晴輝  
宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号  
株式会社トーキン内

Fターム(参考) 4K018 AA26 AA30 BC28 BC35 KA44  
5E041 BC01 CA03 HB14